

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESEN (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
22. Januar 2004 (22.01.2004)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2004/007659 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: **C12H 1/075**

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2003/006296

(22) Internationales Anmeldedatum:
14. Juni 2003 (14.06.2003)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
102 31 835.2 12. Juli 2002 (12.07.2002) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von
US): SARTORIUS AG [DE/DE]; Weender Landstrasse
94-108, 37075 Göttingen (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): RODENBERG,

Michael [DE/DE]; Waldweg 5, 37139 Adelebsen (DE).
DIEL, Bernhard [DE/DE]; Sohnreistrasse 8, 37124
Rosdorf (DE). GRABOSCH, Matthias [DE/DE];
Südekumweg 6b, 37120 Bovenden (DE). ARMGART,
Dieter [DE/DE]; Buchweg 16, 37136 Moringen (DE).

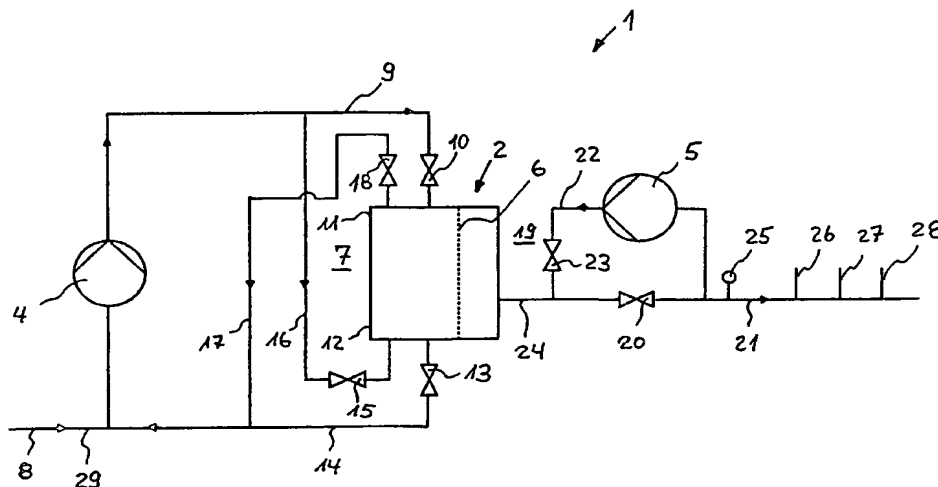
(81) Bestimmungsstaaten (national): AL, AM, AT, AU, AZ,
BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DK, EE, ES,
FI, GB, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IS, JP, KE, KG, KP,
KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN,
MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SK, SL,
TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (regional): ARIPO-Patent (GH,
GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW),
eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ,
TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE,
DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL,
PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG,
CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: CROSSFLOW-FILTRATION METHOD FOR BEVERAGES

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR CROSSFLOW-FILTRATION VON GETRÄNKEN



(57) Abstract: The invention relates to a crossflow-filtration method for beverages, in particular beer, which comprises the following steps: a) the feed liquid is introduced into a filter module by means of a tangential flow through a filter membrane (6) in a first direction, whereby the filtrate flow on the filtrate side (19) of the filter module is maintained within predetermined threshold values; b) the entry pressure is reduced and the filter is backflushed by surges of filtrate initiated by a reversal of the flow direction transversally to the membrane; c) the feed liquid is optionally introduced in an inverse flow direction to that of step a) and the concentrate is evacuated on the non-filtrate (7) side of the module; d) the entry pressure is reduced and the filter is backflushed by surges of filtrate initiated by a reversal of the flow direction transversally to the membrane; e) steps a) to d) are repeated until the filtrate flow lies below the lower predetermined threshold value; f) to k) the filter is emptied by applying pressure, backflushed, rinsed and l) steps a) to k) are resumed.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

**Veröffentlicht:**

— mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(57) Zusammenfassung: Verfahren zur Crossflow-Filtration von Getränken, insbesondere von Bier, wobei u. a. folgende Schritte durchgeführt werden: a) Einleiten der Speiseflüssigkeit in ein Filtermodul mit tangentialer Anströmung einer Filtermembran (6) in einer ersten Richtung, wobei der Filtratfluss auf der Filtratseite (19) des Filtermoduls innerhalb vorgegebener Grenzwerte gehalten wird, b) Vermindern des Eingangsdruckes und druckstossartiges Rückspülen mit Filtrat durch Fliessrichtungsumkehr quer zur Membran, c) Gegebenenfalls Einleiten der Speiseflüssigkeit mit Fliessrichtungsumkehr gegenüber Schritt a) und Ableiten des Konzentrats auf der Unfiltratseite (7) des Filtermoduls, d) Vermindern des Eingangsdruckes und druckstossartiges Rückspülen mit Filtrat durch Fliessrichtungsumkehr quer zur Membran, e) Wiederholen der Schritte a) bis d) so oft, bis der Filtratfluss den unteren vorgegebenen Grenzwert unterschreitet, f) bis k) Leerdrücken, Rückspülen, Spülen und l) Fortsetzen mit den Schritten a) bis k).

5

Verfahren zur Crossflow-Filtration von Getränken

Beschreibung

10

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Crossflow-Filtration von Getränken, insbesondere von Bier, die als Speiseflüssigkeit einem Filtermodul mit mindestens einer Membran in Filtrationsintervallen zugeführt werden.

15

Die Crossflow-Filtration von Bier hat sich bis heute nicht am Markt durchgesetzt, da die Filtrationskosten oberhalb derer der Standartverfahren, wie z.B. der Kieselgur-Filtration liegen. Eine Ursache für die nicht konkurrenzfähige Wirtschaftlichkeit ist, dass die Membranen nach bereits fünfzig Filtrationszyklen so verblockt sind, dass sie durch herkömmliche Methoden nicht mehr chemisch regeneriert werden können (Bruens, Lute, Brauwelt 38, 2001, S. 1639-1643: "Ist die Crossflow-Bierfiltration mittlerweile eine wirtschaftliche Alternative?").

25

Ein Ansatz zur Lösung dieses Problems liegt im Einsatz von katalytisch-oxydativen Reinigungsmitteln. Durch den Einsatz dieser Mittel lassen sich die Membranen zwar vollständig regenerieren, jedoch sind diese Mittel im Bezug auf die Umweltverträglichkeit sehr bedenklich, so dass der Einsatz in einigen Ländern der EU verboten ist. Ein weiterer, entscheidender Nachteil ist die hohe Aggressivität des Mittels gegenüber Polymermembranen, wodurch die Lebensdauer der Filtermodule stark reduziert wird. Dadurch können sich langfristig sogar höhere Filtrationskosten als bei den ver-

35

gleichbaren Alternativenlösungen, wie Kieselgur- und Schichten-Filtration ergeben. Aus diesen Gründen ist es sinnvoll, ein Filtrationsverfahren zur Verfügung zu haben, bei dem auf den Einsatz von aggressiven Reinigungsmitteln
5 verzichtet werden kann.

Aus der EP 0 689 585 B1 ist ein Verfahren zum Klären von Bier mit Hilfe der Crossflow-Micro-Filtration bekannt. Bei diesem Verfahren soll der Filtratdurchsatz durch periodi-
10 sches Entfernen von angelagerten Membran-Deckschichten in kurzen Filtrationsintervallen erhöht werden, wobei die Membran in ersten Filtrations-Intervallen mit Reinigungsflüssigkeiten gespült und die Haftung der Deckschicht an der Membran chemisch angelöst wird, so dass die angelösten
15 Deckschichten anschließend mit Spülflüssigkeit, vorzugsweise Wasser von der Filtratseite auf die Unfiltratseite gespült und wenigstens teilweise entfernt werden. Dabei wird vorgeschlagen, den transmembranen Druck nach einer Zeitfunktion zu steuern, so dass sich in bestimmten Zeitinter-
20 vallen eine integrierte Rückspülung mit Filtrat einstellt. Der Membranendruck soll dabei im Wesentlichen periodische, z.B. sinus-, dreiecks- oder sägezahnähnliche Funktionen aufweisen. Auch wird in dieser Druckschrift vorgeschlagen die Fließrichtung des Bieres längs der Membran umzukehren.

25 Das bekannte Verfahren bringt zwar eine Verbesserung mit sich, führt aber noch nicht zu den erhofften langen Standzeiten der Membran und einer damit einhergehenden Kostensenkung.

30 Weiterhin ist aus der EP 0 645 174 B1 ein Verfahren zur Crossflow-Filtration von Bier bekannt, bei der das Bier über eine asymmetrische Membran geführt wird, die eine solche Porenstruktur aufweist, dass die Poren auf der Zufuhr-
35 seite der Membran größer sind als die nominale Porengröße

und die Poren der nominalen Porengröße im Querschnitt in Richtung der Permeatseite auftreten, wobei die herausfiltrierten Komponenten von der Membran diskontinuierlich zurückgespült werden und anschließend mit der Flüssigkeit
5 weggespült werden. Das Rückspülen dauert dabei 0,05 bis < 1 s, wobei die Membran eine nominale Porengröße von 0,1 bis 5 µm aufweist.

Nachteilig bei dem bekannten Verfahren ist, dass eine relativ aufwendige und teure Membran benötigt wird. Auch bei
10 diesem Verfahren gilt es, die Standzeiten bzw. die Lebensdauer zu verbessern und die Filtrationskosten zu senken.

Weiterhin ist aus der DE 43 32 175 C2 ein Verfahren zur
15 Crossflow-Filtration von Flüssigkeiten, insbesondere von heterodispersen Suspensionen, wie Bier, mittels Crossflow-Micro-Filtrations-Modulen bekannt, bei dem sich Filtrationszyklen und Reinigungszyklen abwechseln, wobei während der Filtration der transmembrane Druck laufend gemessen
20 wird und bei dem der Reinigungszyklus immer dann durchgeführt wird, wenn der Transmembrandruck einen vorgegebenen Wert übersteigt. In dieser Druckschrift wird der Fachmann darauf hingewiesen, dass eine periodische Rückspülung zur Beeinflussung der auf der Membran sich ausbildenden Deck-
25 schicht den Nachteil habe, dass mit zunehmender Betriebsdauer die Fluxrate auch zu Beginn, also nach der Rückspülung mit Filtrat niedriger liegt als beim vorhergehenden Zyklus, was dadurch zu erklären sei, dass gewisse Adsorptionseffekte eintreten, die zu einer Blockierung der Membran
30 im begrenzten Rahmen führen.

Nachteilig bei diesem bekannten Verfahren ist, dass relativ schnell und häufig eine chemische Reinigung durchgeführt werden muss. Auch hier ist die Standzeit der Membranen noch
35 verbesserungsbedürftig.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, ein Verfahren zur Crossflow-Filtration von Getränken vorzuschlagen, das längere Standzeiten der Membranen aufweist und
5 kostengünstiger durchgeführt werden kann.

Diese Aufgabe wird in Verbindung mit dem Oberbegriff des Anspruches 1 dadurch gelöst, dass folgende Schritte durchgeführt werden:

- 10 a) Einleiten der Speiseflüssigkeit in das Filtermodul über einen ersten Anschluss auf der Unfiltratseite über einen vorgebbaren Überströmungszeitraum mit einem Eingangsdruck, der ausreicht, um den Filtratfluss auf der Filtratseite des Filtermoduls innerhalb vorgegebener Grenzwerte zu halten, und Ableiten des
15 Konzentrats über einen zweiten Anschluss auf der Unfiltratseite des Filtermoduls,
- b) Vermindern des Eingangsdruckes an dem ersten Anschluss und druckstoßartiges Rückspülen mit Filtrat bei Fließrichtungsumkehr quer zur Membran,
- 20 c) Wiederholen der Schritte a) und b) so oft, bis der Filtratfluss den unteren vorgegebenen Grenzwert unterschreitet,
- d) Leerdrücken des Filtermoduls,
- e) Rückspülen des Filtermoduls von der Filtratseite her
25 mit Wasser und anschließend mit einer Chemikalien enthaltenden Lösung,
- f) Ruhen lassen des mit der Chemikalien enthaltenden Lösung gefüllten Filtermoduls über eine vorgegebene Einwirkzeit,
- 30 g) Spülen des Filtermoduls mit Wasser bis zur Neutralität,
- h) Füllen des Filtermoduls mit entgastem Wasser,
- i) Herausdrücken des Wassers aus dem Filtermodul mit Gas und Entspannung des Filtermoduls und
- j) Fortsetzen mit den Schritten a) bis k).

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden zusätzlich nach dem Schritt b) die Schritte b1) und b2) durchgeführt, nämlich:

- 5 b1) Einleiten der Speiseflüssigkeit mit Fließrichtungsumkehr längs zur Membran in das Filtermodul über den zweiten oder einen benachbarten dritten Anschluss auf der Unfiltratseite über den vorgegebenen Überströmungszeitraum mit einem Eingangsdruck, der ausreicht, um den Filtratfluss auf der Filtratseite des Filtermoduls innerhalb der vorgegebenen Grenzwerte zu halten und Ab-
- 10 leiten des Konzentrats über den ersten Anschluss oder einen dem ersten Anschluss benachbarten vierten Anschluss auf der Unfiltratseite des Filtermoduls und
- 15 b2) Vermindern des Eingangsdruckes an dem zweiten oder vierten Anschluss und druckstoßartiges Rückspülen mit Filtrat durch Fließrichtungsumkehr quer zur Membran.

Überraschenderweise hat sich gezeigt, dass bei Durchführung der erfindungsgemäßen Verfahrensschritte die Membran eine

20 außergewöhnlich gute Entwicklung der Wasserwerte im Laufe der Versuchsreihen zeigt. Über einen Zeitraum von vier Monaten wurde Bier filtriert und dabei über 300 Filtrationszyklen durchgeführt. Dabei zeigte sich, dass der Wasserwert nach keiner Zwischenreinigung unter 83 % lag.

25 Durch eine längere Reinigung mit Natriumlauge über einen Zeitraum von 30 - 60 min konnte immer wieder der Wasserwert der neuen Membran erreicht werden. Dieses ausgezeichnete Regenerierverhalten der Membran hat die folgenden technologische Vorzüge, wodurch die Filtrationskosten

30 deutlich gesenkt werden:

- Die Länge der Filtrationsintervalle ist konstant und verringert sich mit laufendem Einsatz nicht.
- Durch die Reinigung unter Verzicht auf stark oxydative Reinigungsmittel werden die Membranen nicht geschädigt.

- Die Lebensdauer der Filtermodule wird nicht negativ beeinflusst, wodurch die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens steigt.
 - Durch das Einleiten der Speiseflüssigkeit in das Filtermodul innerhalb vorgegebener Grenzwerte mit Ableiten des Konzentrats über einen zweiten Anschluss, durch das Vermindern des Eingangsdruckes in Verbindung mit einem druckstoßartigen Rückspülen mit Filtrat, vorzugsweise durch eine Fließrichtungsumkehr längs zur Membran und anschließende Fließrichtungsumkehr quer zur Membran wird in Verbindung mit den nachfolgenden Schritten eine effektive und schonende Regeneration der Membranen erreicht.
- 15 Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird bei den Schritten a) und b1) der Filtratfluss über eine Drehzahlregelung einer Rezirkulationspumpe im Wesentlichen konstant gehalten. Durch diese Arbeitsweise wird die Filtration mit einem geringen Eingangsdruck gestartet, wodurch
- 20 eine frühe Kompaktierung einer Deckschicht verhindert wird. Im Laufe der Filtration muss die Überströmung kontinuierlich angehoben werden, um einen konstanten Filtratfluss zu erhalten. Dabei steigt der Eingangsdruck langsam an.
- 25 Nach einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden die Schritte a) und b1) jeweils in einem festen, zwischen einer und fünf Minuten liegenden Zeitintervall durchgeführt. Die Schritte b) und b2) werden dabei mit einem Rückspüldruck durchgeführt, der vorzugsweise 0,5 bar
- 30 über dem Eingangsdruck des Filtermoduls liegt. Der Rückspüldruck wird dabei über eine Filtratrückspülpumpe mit zum Filtermodul hin vorgeschaltetem Rückspülventil zur Erzeugung eines Druckstoßes erzeugt.

Besonders vorteilhaft ist es, wenn die Rückspülung nach erfolgter Fließrichtungsumkehr bei einer vorbestimmten Öffnungszeit des Rückspülventils von 100 bis 700 ms, vorzugsweise ca. 300 ms durchgeführt wird. Dabei wird unmittelbar nach dem Rückspülen die Leistung der Rezirkulationspumpe auf einen neuen Offset-Wert verringert. Dies verhindert einen unzulässig hohen Filtratfluss unmittelbar nach dem Rückspülvorgang, da nach erfolgter Rückspülung der Verblockungsgrad und somit auch der Durchflusswiderstand der Membran drastisch verringert wird. Ein unzulässig hoher Filtratfluss würde zum unerwünschten schnellen Verblocken der Membran führen. Dabei ist vorteilhaft, die Leistung der Rezirkulationspumpe schon während der Fließrichtungsumkehr auf einen vorher berechneten Wert abzusenken. Dadurch wird gleichzeitig der Filtermoduleingangsdruck abgesenkt. Infolge davon, kann der Rückspüldruck (0,5 bar über Filtermoduleingangsdruck) bei der Filtratrückspülung abgesenkt werden, wodurch die Belastung der Module verringert wird. Außerdem wird die Filtration nach einer Rückspülung wieder sanft gestartet, wodurch eine schnelle Verblockung der Membran verhindert wird.

Nach einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird der neue Offset-Wert (Leistung der Rezirkulationspumpe unmittelbar nach einer Rückspülung) nach der Formel

$$\text{Offset}_n = (\text{aktuelle Leistung} - 15\% - \text{Offset}_{n-1}) \cdot 0,9 + \text{Offset}_{n-1}$$
berechnet. Durch den Einsatz des Offset-Reducings ließen sich bei Versuchen die Standzeiten um mehr als 50 % steigern.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung weist die Membran eine Porengröße von 0,4 bis 0,6 µm, vorzugsweise von ca. 0,5 µm, auf.

Weitere bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung sind in den Unteransprüchen beschrieben.

Weitere Einzelheiten der Erfindung ergeben sich aus der
5 nachfolgenden ausführlichen Beschreibung und den beigefüg-
ten Zeichnungen, in denen bevorzugte Ausführungsformen der
Erfindung beispielhaft veranschaulicht sind.

In den Zeichnungen zeigen:

10

Figur 1: Einen schematischen Verfahrensablauf und

Figur 2: eine schematische Darstellung einer Filtrati-
onsanlage zur Crossflow-Filtration von Bier.

15

Eine Filtrationsanlage 1 besteht im Wesentlichen aus einem
Filtermodul 2, einer Rezirkulationspumpe 4 und einer
Filtratrückspülpumpe 5.

20 Als Filtermodule 2 kommen vorzugsweise Sartocan®-Cassetten
der Fa. Sartorius in Frage.

Auf der Unfiltratseite 7 ist dem Filtermodul 2 die
Rezirkulationspumpe 4 vorgelagert. Dem Filtermodul 2 wird
25 über die Rezirkulationspumpe 4 Speiseflüssigkeit 8
zugeführt, die das Unfiltrat bildet. Die
Rezirkulationspumpe 4 ist über eine erste Feedleitung 9 mit
einem ersten Anschluss 10 am ersten Ende 11 des
Filtermoduls 2 verbunden. Ein auf der Unfiltratseite 7 an
30 dem ersten Ende 11 gegenüberliegenden zweiten Ende 12 des
Filtermoduls 2 angeordneter zweiter Anschluss 13 ist über
eine Retentatleitung 14 zur Rezirkulation mit der Rezi-
rulationspumpe 4 verbunden. Am zweiten Ende 12 ist dem
zweiten Anschluss 13 ein dritter Anschluss 15 auf der
35 Unfiltratseite 7 benachbart. Zur tangentialen
Fließrichtungsumkehr ist die Rezirkulationspumpe 4 über ei-

ne zweite Feedleitung 16 mit dem dritten Anschluss 15 verbunden. Zur Ableitung des Retentats bzw. des Konzentrats aus dem Filtermodul 2 ist ein vierter Anschluss 18 dem ersten Anschluss 10 benachbart am ersten Ende 11 des Filtermoduls 2 angeordnet. Die zweite Retentatleitung 17 verbindet somit den vierten Anschluss 18 mit der Retentatleitung 14 bzw. der Rezirkulationspumpe 4. Auf der Filtratseite 19 des Filtermoduls 2 ist das Filtermodul 2 über ein erstens Ventil 20 mit einer Filtratleitung 21 verbunden. Auf der dem Filtermodul 2 abgewandten Seite des ersten Ventils ist die Filtratrückspülpumpe 5 über eine Rückspülleitung 22 mit der Filtratleitung 21 verbunden. Ausgangsseitig ist die Filtratrückspülpumpe 5 über ein Rückspülventil 23 mit einem filtermodulseitigen Teilstück 24 der Filtratleitung 21 verbunden. Auf der dem Filtermodul 2 abgewandten Seite der Filtratleitung 21 ist ein Flussmesser 25 zur Messung des Filtratflusses angeordnet. Weiterhin ist eine Kaltwasserleitung 26 zur Zuführung von Kaltwasser, eine Heißwasserleitung 27 zur Zuführung von Heißwasser und eine Zipsleitung 28 zur Zuführung von Chemikalien, beispielsweise Natronlauge (NaOH), mit der Filtratleitung 21 verbunden.

Die Speiseflüssigkeit 8 wird beispielsweise in Form von zu filtrierenden Bier über eine Speiseleitung 29 über die Rezirkulationspumpe 4 dem Filtermodul 2 über den ersten Anschluss 10 zugeführt. Dabei strömt die Speiseflüssigkeit 8 in tangentialer Richtung an der Membran 6 vorbei und wird über den zweiten Anschluss 13 als Konzentrat abgeführt und über die Retentatleitung 14 der Rezirkulationspumpe 4 neu zugeführt. Das quer zur Membran 6 fließende Filtrat fließt über das erste Ventil 20 über die Filtratleitung 21 in einen nicht dargestellten Filtrattank. Der Filtratfluss wird von dem Flussmesser 25 gemessen und durch Steuerung der Drehzahl der Rezirkulationspumpe 4 über einen vorgegebenen Zeitraum konstant gehalten. Anschließend erfolgt eine Ver-

minderung des Eingangsdruckes am ersten Anschluss 10 und ein druckstoßartiges Rückspülen mit Filtrat. Zur Filtratrückspülung bzw. Fließrichtungsumkehr wird die Filtratrückspülpumpe 5 bei geschlossenem Rückspülventil 23 gestartet. Anschließend wird das erste Ventil 20 geschlossen und das Rückspülventil 23 für eine kurze Dauer von 100 bis 700 ms, vorzugsweise von 300 ms geöffnet. Die Leistung der Rezirkulationspumpe 4 wird schon während der Feedumkehr auf einen vorher berechneten Offset-Wert (Leistung der Rezirkulationspumpe 4 unmittelbar nach einer Rückspülung) abgesenkt. Die Berechnung erfolgt nach der Formel:

$$\text{Offset}_n = (\text{aktuelle Leistung} - 15\% - \text{Offset}_{n-1}) \cdot 0,9 + \text{Offset}_{n-1}$$

Anschließend erfolgt eine tangentielle Fließrichtungsumkehr durch Einleiten der Speiseflüssigkeit über den dritten Anschluss 15 in das Filtermodul 2 und Ableitung des Konzentrats über den vierten Anschluss 18. Nach Erreichen eines vorgegebenen Zeitraumes erfolgt wieder ein Vermindern des Eingangsdruckes (am dritten Anschluss) und ein druckstoßartiges Rückspülen mit Filtrat von der Filtratseite 19 her. Der Filtrationsdurchgang wird beendet, wenn der aktuelle Filtratfluss $dV/dt\text{-Filtrat} < \text{vorgegebener Grenzwert } dV/dt\text{-Grenzwert}$. Nunmehr wird eine Zwischenreinigung eingeleitet. Hierzu wird zunächst das Filtermodul 2 von der Unfiltratseite 7 her mit Gas (CO_2) aus der Anlage in einen nicht dargestellten Auffangtank gedrückt und später weiterverwertet. Danach wird die Filtrationsanlage 1 von der Filtratseite 19 her zuerst mit über die Kaltwasserleitung 26 zugeführten Kaltwasser (ca. 30 s zur Entfernung von Konzentraten) und danach ca. 1 min mit über die Heißwasserleitung 27 zugeführtem Heißwasser mit einer Temperatur von ca. 60°C gespült. Kurz vor dem Abstellen des Heißwassers wird NaOH über die Zip-Leitung 28 in das Spülwasser dosiert. Die Dosierung wird dabei so eingestellt, dass das Filtermodul mit 1%iger NaOH gefüllt wird. Nach einer Pause von mindestens 5

min wird die Natronlauge 2 min mit Heißwasser und 4 min mit kaltem Wasser gespült, wobei zur Neutralisation eine Dosierung von Zitronensäure erfolgen kann. Zum Schluss wird die Filtrationsanlage 1 mit entgastem Wasser gefüllt. Nach der
5 Zwischenreinigung wird das entgaste Wasser mit CO₂ aus der Filtrationsanlage 1 gedrückt und vorgespannt. Dadurch befinden sich keinerlei Sauerstoffreste mehr in der Filtrationsanlage, so dass eine Sauerstoffaufnahme des Bieres, welches im Anschluss in die Filtrationsanlage 1 gefüllt wird,
10 ausgeschlossen werden kann.

15 Beispiel:

In einer Brauerei wurden aus der Zuführleitung eines Bierfilters über eine Zeit von 3 h insgesamt 15 hl unfiltriertes Bier entnommen und nach der Filtration mit einer modifizierten Sartoflow 10-Anlage der Fa. Sartorius mit 7 m²
20 Filterfläche in die Bierleitung zurückgeführt. Die Anlage lief also mit einem Durchfluss von 500 l/h, was einen Durchfluss (Flux) von über 70 l/hm² entspricht. Nach 3 h wurde erstmals eine Zwischenreinigung durchgeführt und unmittelbar im Anschluss daran die Filtration neu gestartet.
25 Bei der nachfolgenden Filtration wurde die gleiche Filtrationsleistung wie im ersten Zyklus erreicht. Bei den Versuchen konnte über einen Zeitraum von 4 Monaten dieses über 300 mal wiederholt werden, wobei die Leistung der Filtrationsanlage 80 % der Ausgangsleistung nicht unterschritt, so
30 dass davon auszugehen ist, dass sich dieses Ergebnis auch über einen noch längeren Zeitraum halten lässt. Die erreichten Filtrationskosten liegen unter den vergleichbaren Filtrationsverfahren, so dass ein Einsatz im großtechnischen Maßstab sinnvoll ist.
35

Patentansprüche

- 5 1. Verfahren zur Crossflow-Filtration von Getränken, insbesondere von Bier, die als Speiseflüssigkeit einem Filtermodul mit mindestens einer Membran in Filtrationsintervallen zugeführt werden, das in zwischen den Filtrationsintervallen liegenden Reinigungsintervallen von der Filtratseite
10 her mit einer Reinigungslösung gereinigt und mit Wasser gespült wird, **dadurch gekennzeichnet**, dass folgende Schritte durchgeführt werden:
- a) Einleiten der Speiseflüssigkeit (8) in das Filtermodul (2) über einen ersten Anschluss (10) auf der Unfiltratseite (7) über einen vorgebbaren Überströmungszeitraum mit einem Eingangsdruck, der ausreicht, um den Filtratfluss auf der Filtratseite (19) des Filtermoduls (2) innerhalb vorgegebener Grenzwerte zu halten, und Ableiten des Konzentrats über einen zweiten Anschluss (13) auf der Unfiltratseite (7) des Filtermoduls (2),
15
 - b) Vermindern des Eingangsdruckes an dem ersten Anschluss (10) und druckstoßartiges Rückspülen mit Filtrat durch Fließrichtungsumkehr quer zur Membran (6),
 - c) Wiederholen der Schritte a) und b) so oft, bis der Filtratfluss den unteren vorgegebenen Grenzwert unterschreitet,
20
 - d) Leerdrücken des Filtermoduls (2),
 - e) Rückspülen des Filtermoduls (2) von der Filtratseite (19) her mit Wasser und anschließend mit einer Chemikalien enthaltenden Lösung,
25
 - f) Ruhen lassen des mit der Chemikalien enthaltenden Lösung gefüllten Filtermoduls (2) über eine vorgegebene Einwirkzeit,
 - g) Spülen des Filtermoduls (2) mit Wasser bis zur Neutralität,
30
- 35

- h) Füllen des Filtermoduls (2) mit entgastem Wasser,
- i) Herausdrücken des Wassers aus dem Filtermodul (2) mit Filtrat und
- j) Fortsetzen mit den Schritten a) bis i).

5

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass in Anschluss an Schritt b) die folgenden Schritte eingefügt werden:

- 10 b1) Einleiten der Speiseflüssigkeit (8) mit Fließrichtungsumkehr längs zur Membran (6) in das Filtermodul (2) über den zweiten oder einen benachbarten dritten Anschluss (13, 15) auf der Unfiltratseite (7) über den vorgegebenen Überströmungszeitraum mit einem Eingangsdruck, der ausreicht, um den Filtratfluss auf der Filtratseite (19) des Filtermoduls (2) innerhalb der vorgegebenen Grenzwerte zu halten und Ableiten des Konzentrats über den ersten Anschluss oder einen dem ersten Anschluss (10) benachbarten vierten Anschluss (18) auf der Unfiltratseite (7) des Filtermoduls (2) und
- 15 20 b2) Vermindern des Eingangsdruckes an dem zweiten oder vierten Anschluss (13, 18) und druckstoßartiges Rückspülen mit Filtrat durch Fließrichtungsumkehr quer zur Membran (6).

25 3. Verfahren nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass bei den Schritten a) und b1) der Filtratfluss über eine Drehzahlregelung einer Rezirkulationspumpe (4) im Wesentlichen konstant gehalten wird.

30 4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Schritte a) und b1) jeweils in einem festen, zwischen einer und fünf Minuten liegenden Zeitintervall durchgeführt werden.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Schritte b) und b2) mit einem Rückspüldruck durchgeführt werden, der mindestens 0,5 bar über dem Eingangsdruck des Filtermoduls (2) liegt.

5

6. Verfahren nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Rückspüldruck über eine Filtratrückspülpumpe (5) mit zum Filtermodul (2) hin vorgeschaltetem Rückspülventil (23) zur Erzeugung eines Druckstoßes erzeugt wird.

10

7. Verfahren nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Öffnungszeit des Rückspülventils (23) zwischen 100 und 700 ms beträgt.

15

8. Verfahren nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Öffnungszeit des Rückspülventils (23) ca. 300 ms beträgt.

20

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass unmittelbar nach dem Rückspülen die Leistung der Rezirkulationspumpe (4) auf einen neuen Offset-Wert (Offset_n) verringert wird.

25

10. Verfahren nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Leistung der Rezirkulationspumpe (4) bereits während der Fließrichtungsumkehr der Speiseflüssigkeit (8) längs zur Membran (6) auf den neuen Offset-Wert (Offset_n) abgesenkt wird.

30

11. Verfahren nach Anspruch 9 oder 10, **dadurch gekennzeichnet**, dass der neue Offset-Wert (Offset_n) nach der Formel

$$\text{Offset}_n = (\text{aktuelle Leistung} - 15\% - \text{Offset}_{n-1}) \cdot 0,9 + \text{Offset}_{n-1}$$
berechnet wird.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Leerdrücken des Filtermoduls (2) von Konzentrat nach Schritt d) mit CO₂ als Gas erfolgt.
- 5 13. Verfahren nach Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Konzentrat in einem Tank zur späteren Weiterverwertung gesammelt wird.
- 10 14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Rückspülen nach Schritt e) zuerst mit kaltem Wasser und anschließend mit Heißwasser erfolgt, dem kurz vor dem Abstellen Natronlauge zugesetzt wird.
- 15 15. Verfahren nach Anspruch 14, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Filtermodul (2) ca. 30 s mit kaltem Wasser und ca. 1 min mit Heißwasser einer Temperatur von ca. 60°C gespült wird.
- 20 16. Verfahren nach Anspruch 14 oder 15, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Dosierung der Natronlauge so eingestellt wird, dass das Filtermodul (2) mit ca. 1%iger Natronlauge gefüllt wird.
- 25 17. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 16, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Einwirkzeit nach Schritt f) mindestens 5 min beträgt.
- 30 18. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 17, **dadurch gekennzeichnet**, dass entsprechend Schritt g) zunächst ca. 2 min mit Heißwasser und anschließend ca. 4 min mit kaltem Wasser gespült wird.

19. Verfahren nach Anspruch 18, **dadurch gekennzeichnet**, dass zur Neutralisation Zitronensäure dem kalten Wasser zudosiert wird.

- 5 20. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 19, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Membran (6) eine Porengröße von 0,4 bis 0,6 μm , vorzugsweise von ca. 0,5 μm , aufweist.

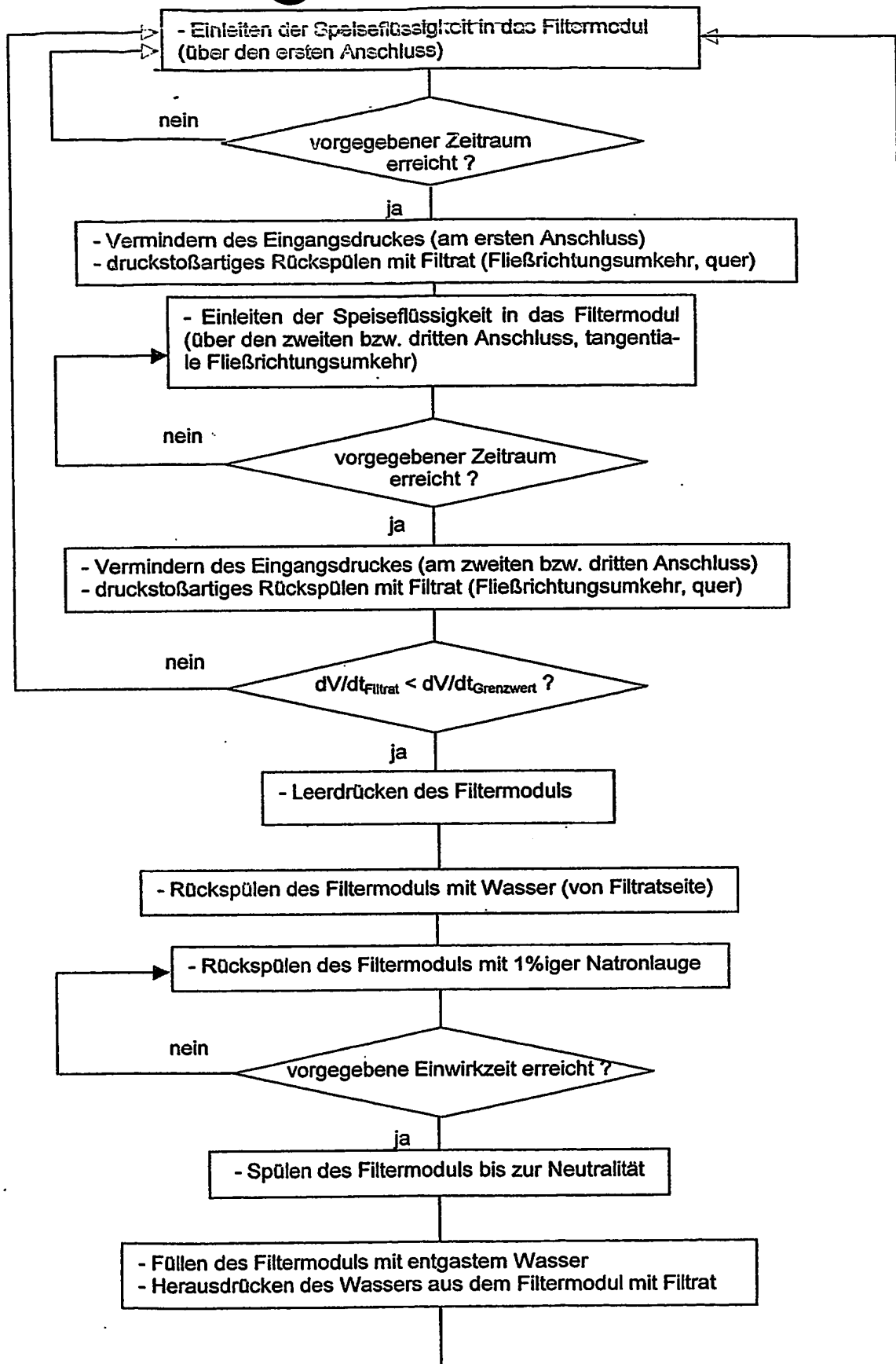


Fig. 1

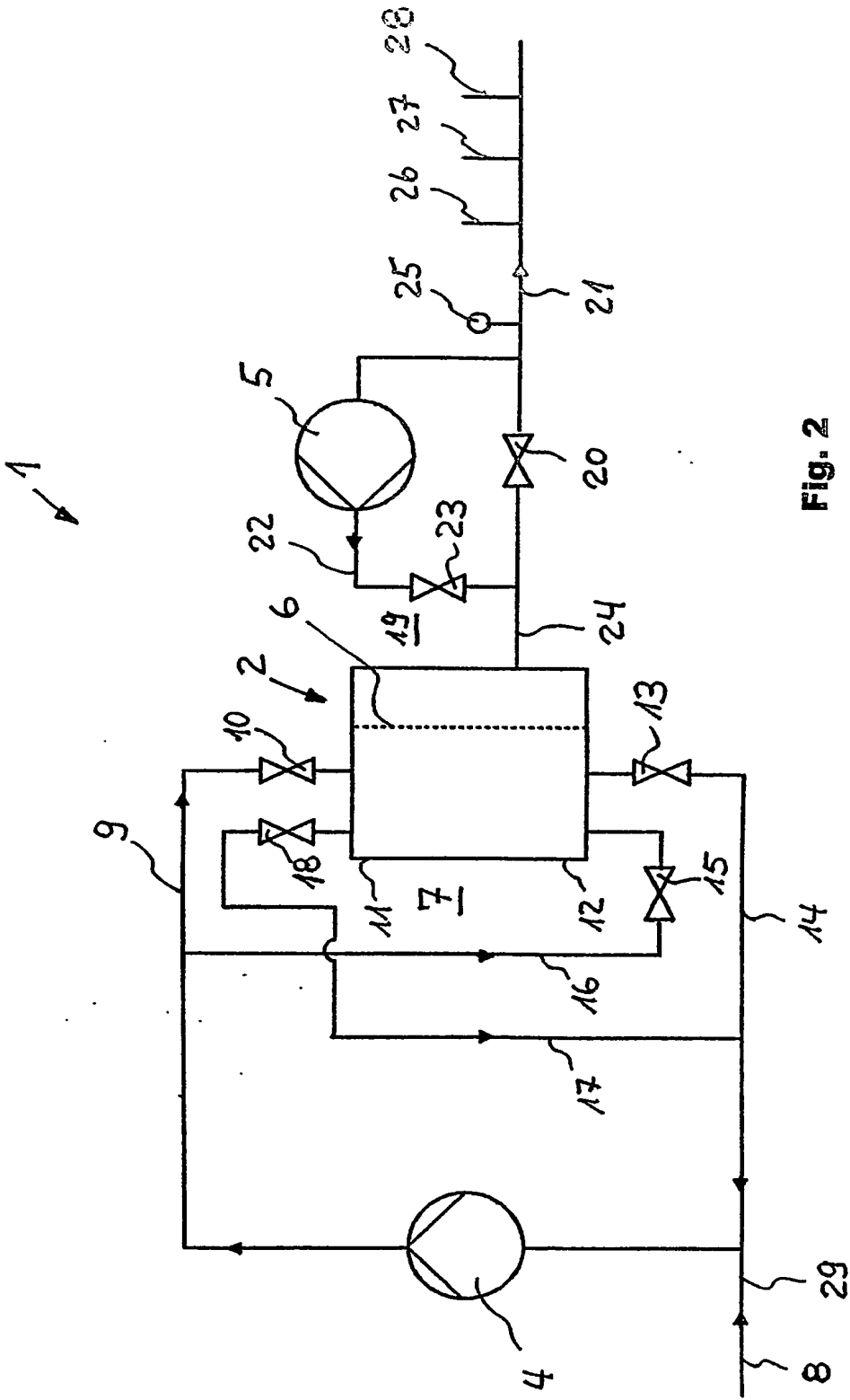


Fig. 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Rec'd PCT/PTO 09 DEC 2004

International Application No.

PC/EP 03/06296

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 C12H1/075

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C12H

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, FSTA, COMPENDEX, BIOSIS

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	DE 44 01 456 A (WISSENSCHAFTSFOERDERUNG DER DE) 20 July 1995 (1995-07-20) cited in the application column 4, line 67 -column 7, line 40 & EP 0 689 585 A 3 January 1996 (1996-01-03)	1-18
A	DE 43 32 175 A (SEITZ FILTER WERKE) 23 March 1995 (1995-03-23) cited in the application page 3, line 27-68	1-18
A	DE 42 27 225 A (WISSENSCHAFTSFOERDERUNG DER DE) 24 February 1994 (1994-02-24) abstract column 2	1-18

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- * & * document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

22 October 2003

Date of mailing of the international search report

29/10/2003

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Koch, J

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/EP 03/06296

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 4401456	A	20-07-1995	DE 4401456 A1	20-07-1995
			AT 185595 T	15-10-1999
			AU 685905 B2	29-01-1998
			AU 1535995 A	08-08-1995
			BR 9505827 A	12-03-1996
			CA 2158071 A1	20-07-1995
			CZ 9502716 A3	15-05-1996
			DE 59507024 D1	18-11-1999
			WO 9520038 A1	27-07-1995
			EP 0689585 A1	03-01-1996
			HU 72368 A2	29-04-1996
			JP 8512244 T	24-12-1996
			PL 310662 A1	27-12-1995
			ZA 9500384 A	21-09-1995
DE 4332175	A	23-03-1995	DE 4332175 A1	23-03-1995
			DE 59404976 D1	12-02-1998
			DK 720509 T3	07-09-1998
			WO 9508386 A1	30-03-1995
			EP 0720509 A1	10-07-1996
			ES 2111334 T3	01-03-1998
			JP 3447741 B2	16-09-2003
			JP 9503659 T	15-04-1997
			US 5879557 A	09-03-1999
DE 4227225	A	24-02-1994	DE 4227225 A1	24-02-1994

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Abdruckzeichen

PCT EP 03/06296

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 C12H1/075

Nach der internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 C12H

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, FSTA, COMPENDEX, BIOSIS

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	DE 44 01 456 A (WISSENSCHAFTSFOERDERUNG DER DE) 20. Juli 1995 (1995-07-20) in der Anmeldung erwähnt Spalte 4, Zeile 67 - Spalte 7, Zeile 40 & EP 0 689 585 A 3. Januar 1996 (1996-01-03)	1-18
A	DE 43 32 175 A (SEITZ FILTER WERKE) 23. März 1995 (1995-03-23) in der Anmeldung erwähnt Seite 3, Zeile 27-68	1-18
A	DE 42 27 225 A (WISSENSCHAFTSFOERDERUNG DER DE) 24. Februar 1994 (1994-02-24) Zusammenfassung Spalte 2	1-18

☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen ☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

- *A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- *E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- *L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- *O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- *P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

22. Oktober 2003

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

29/10/2003

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Koch, J

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Abzeichen

PCT/EP 03/06296

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
DE 4401456	A	20-07-1995	DE	4401456 A1	20-07-1995
			AT	185595 T	15-10-1999
			AU	685905 B2	29-01-1998
			AU	1535995 A	08-08-1995
			BR	9505827 A	12-03-1996
			CA	2158071 A1	20-07-1995
			CZ	9502716 A3	15-05-1996
			DE	59507024 D1	18-11-1999
			WO	9520038 A1	27-07-1995
			EP	0689585 A1	03-01-1996
			HU	72368 A2	29-04-1996
			JP	8512244 T	24-12-1996
			PL	310662 A1	27-12-1995
			ZA	9500384 A	21-09-1995
DE 4332175	A	23-03-1995	DE	4332175 A1	23-03-1995
			DE	59404976 D1	12-02-1998
			DK	720509 T3	07-09-1998
			WO	9508386 A1	30-03-1995
			EP	0720509 A1	10-07-1996
			ES	2111334 T3	01-03-1998
			JP	3447741 B2	16-09-2003
			JP	9503659 T	15-04-1997
			US	5879557 A	09-03-1999
DE 4227225	A	24-02-1994	DE	4227225 A1	24-02-1994